

# PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 2003-329570

(43)Date of publication of application : 19.11.2003

(51)Int.Cl.

G01N 15/02

G01N 15/14

G01N 21/49

(21)Application number : 2002-135232

(71)Applicant : HORIBA LTD

(22)Date of filing : 10.05.2002

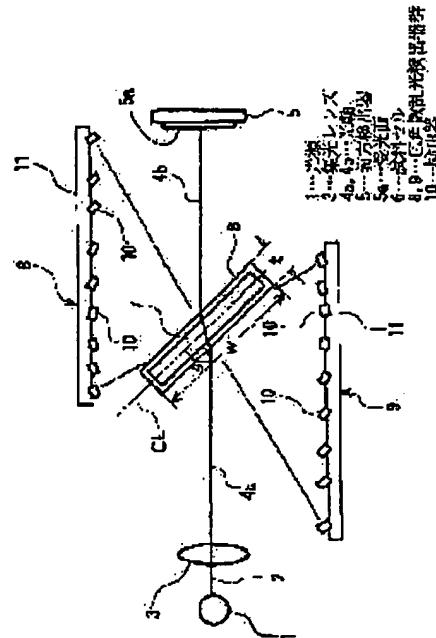
(72)Inventor : IKEDA HIDEYUKI  
IGUSHI TATSUO  
KUROZUMI TAKUJI

## (54) APPARATUS FOR MEASURING DISTRIBUTION OF PARTICLE SIZE

### (57)Abstract:

**PROBLEM TO BE SOLVED:** To provide an apparatus for measuring a distribution of particle size, which can surely detect scattering light with a scattering angle of about 90 degrees, surely detect scattering light through a wide angular range from zero to about 180 degrees and reproducibly measure the distribution of particle size over a wide range of particles.

**SOLUTION:** The apparatus for measuring the distribution of particle size has a light source 1, a sample cell 6 on which light from the light source 1 is projected, a condensing lens 3 which is disposed on optical axes 4a, 4b of the light, and a forward detector 5 which detects transmitting light and prescribed scattering light generated at the sample cell 6. In the apparatus, the sample cell 6 is set so as to incline in relation to the optical axis 4a of the light from the light source 1, and groups of wide angular scattering light detector 8, 9 composed of a plurality of detectors 10 are arranged on both sides of the sample cell 6.



### LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

**\* NOTICES \***

Japan Patent Office is not responsible for any damages caused by the use of this translation.

- 1.This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
- 2.\*\*\*\* shows the word which can not be translated.
- 3.In the drawings, any words are not translated.

---

**CLAIMS**

---

**[Claim(s)]**

[Claim 1] In the particle-size-distribution measuring device equipped with the light source, the sample cell by which the light from this light source is irradiated, the condenser lens arranged on the optical axis of said light, and the front detector which detects the transmitted light and the predetermined scattered light which are produced in said sample cell. The particle-size-distribution measuring device characterized by preparing the wide angle scattered-light detector group which becomes the both sides of said sample cell from two or more detectors while preparing, where said sample cell is leaned to the optical axis of the light which emitted said light source.

[Claim 2] The particle-size-distribution measuring device according to claim 1 which comes to prepare a front detector in the focal location of said condenser lens while preparing a condenser lens between the light source and a sample cell.

[Claim 3] The particle-size-distribution measuring device according to claim 2 which comes to prepare the optical compensator for making the transmitted light or the scattered light converge on the light-receiving side of said front detector in one on the optical axis between a condenser lens and a front detector of locations.

[Claim 4] The particle-size-distribution measuring device according to claim 1 which comes to prepare this front detector in the focal location of said condenser lens while preparing a condenser lens between a sample cell and a front detector.

---

[Translation done.]

JP2003329570

## \* NOTICES \*

Japan Patent Office is not responsible for any damages caused by the use of this translation.

1. This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
- 2.\*\*\*\* shows the word which can not be translated.
3. In the drawings, any words are not translated.

---

## DETAILED DESCRIPTION

---

### [Detailed Description of the Invention] [0001]

[Field of the Invention] This invention detects the diffraction/scattered light produced by irradiating a laser beam at the particle group currently distributed, and relates to the particle-size-distribution measuring device which measures the particle size distribution of a particle group based on the scattered-light signal on the strength acquired by that detection.

### [0002]

[Description of the Prior Art] In the particle-size-distribution measuring device using the diffraction phenomena and/or the scattering phenomenon of light by the sample particle, the particle size distribution of a sample particle is computed by measuring the relation between the intensity distribution of the diffracted light and/or the scattered light, i.e., an angle of diffraction, a diffusion angle, and optical reinforcement, and performing data processing based on the Fraunhofer diffraction theory and/or the Mie-scattering theory to this.

[0003] Drawing 9 shows roughly the important section of the optical system in the conventional particle-size-distribution measuring device, and 81 is a sample cell which holds the liquid (henceforth a sample solution) which distributed the particle for example, into a dispersion medium in this drawing. 82 and 83 And one thickness direction (direction of exposure light transmission) side of a sample cell 81, Namely, they are the light source prepared in the back side of a sample cell 81, and a condenser lens. 84 is the front detector which consists of a photodiode array prepared in the focal location of the condenser lens 83 by the side of another side of the thickness direction of a sample cell 81, i.e., the front of a sample cell 81. The transmitted light and the scattered light with a comparatively small (for example, 0 degree – 30 degrees) diffusion angle are detected, and the condenser lens 83 is formed in the so-called reverse fourier optical system located in a light source 82 side. And 85 is the wide angle scattered-light detector group which detects the scattered light (wide angle scattered light) with a comparatively large (30 degrees or more) diffusion angle, and consists of two or more photodiodes (single channel mold detector) 86 formed in the 1 side of a sample cell 81 ranging from the front to back. 87 is a substrate which supports two or more single channel mold detectors 86 in the predetermined condition.

### [0004]

[Problem(s) to be Solved by the Invention] In the above-mentioned particle-size-distribution measuring device, since it is made to carry out incidence of the exposure light (for example, laser beam) 88 from the light source 82 vertically to a sample cell 81 Although it is necessary to prepare detector 86a in the just beside direction (the direction of exposure light transmission, and direction which intersects perpendicularly) of a sample cell 81 when a diffusion angle receives the side-scatter light 89 which is 90 degrees Like the example of a graphic display, when a sample cell 81 is broad (long in the direction as for which light 88 carries out incidence, and the direction which intersects perpendicularly), there is inconvenience that the signal which declines in case said scattered light 89 passes through the inside of a sample cell 81, therefore is outputted from detector 86a becomes weak. Moreover, as a sign 90 shows, a diffusion angle may be unable to detect by neither of the detector 86 of the wide angle scattered-light detector

group 85 for total reflection [ in / in the scattered light around 90 degrees / sample cell 81 front face ]. That is, in the conventional particle-size-distribution measuring device, a diffusion angle may be unable to detect certainly side-scatter light around 90 degrees or 90 degrees (only henceforth about 90 degrees), and, for this reason, the technical problem that the accuracy of measurement and data repeatability of a minute particle of 1 micrometer or less had a bad diameter occurred.

[0005] By the way, it sets to the particle-size-distribution measuring device constituted as shown in said drawing 9. In order to prevent the light which penetrated the sample cell 81 carrying out incidence to the transmitted light detecting element of the front detector 84, reflecting there, and this reflected light's reflecting in the front face of a sample cell 81 toward a sample cell 81, and facing to the front detector 84 again, The very small include angle, for example, lean about 5 degrees and arrange, is tried to the optical axis 88 in said sample cell 81. However, when it did in this way, the technical problem which a diffusion angle originates in about 90-degree side-scatter light being certainly undetectable, and produces like the case where it is shown in said drawing 9 and which was mentioned above occurred.

[0006] Then, as the technique of solving such a technical problem, replace with the sample cell 81 of a rectangular parallelepiped configuration, and curved-surface processing of the side (part shown by sign 81a in drawing 9) is carried out. Although it is possible to prevent said total reflection as an interface with the air in the optical axis and sample cell 81 of the scattered light to take out becomes as vertical as possible, the process tolerance is required and the sample cell of such a special configuration has the inconvenience of carrying out a cost rise so much.

[0007] The above-mentioned technical problem prepared the condenser lens in the front side of not only the so-called particle-size-distribution measuring device of reverse fourier optical system but a sample cell, and has just been going to produce it similarly in the so-called particle-size-distribution measuring device (not shown) of the fourier optical system which has arranged the front detector in the focal location of this condenser lens.

[0008] It is that this invention was made with careful attention to the above-mentioned matter, and that object offers the particle-size-distribution measuring device which a diffusion angle can also detect the about 90-degree scattered light certainly, can detect certainly the scattered light of the large include-angle range to near 0 degree - 180 degree, and can measure the particle size distribution covering the large particle range with sufficient repeatability.

[0009]

[Means for Solving the Problem] The sample cell by which the light from the light source and this light source is irradiated to this invention in order to attain the above-mentioned object, In the particle-size-distribution measuring device equipped with the condenser lens arranged on the optical axis of said light, and the front detector which detects the transmitted light and the predetermined scattered light which are produced in said sample cell Where said sample cell is leaned to the optical axis of the light which emitted said light source, while preparing, it is characterized by preparing the wide angle scattered-light detector group which becomes the both sides of said sample cell from two or more detectors (claim 1).

[0010] And while preparing a condenser lens in above-mentioned claim 1 between the light source and a sample cell in the particle-size-distribution measuring device of a publication, a front detector may be formed in the focal location of said condenser lens (claim 2), or while preparing a condenser lens between a sample cell and a front detector, this front detector may be formed in the focal location of said condenser lens (claim 4). And when it constitutes like said claim 2, it is desirable to prepare the optical compensator for making the transmitted light or the scattered light converge on the light-receiving side of said front detector in one on the optical axis between a condenser lens and a front detector of locations (claim 3). Thus, when constituted, in the particle-size-distribution measuring device which adopted reverse fourier optical system, the astigmatism produced when exposure light carries out incidence to a sample cell in the direction of slant is canceled, and the adverse effect to measurement data can be removed.

[0011]

[Embodiment of the Invention] Hereafter, the detail of invention is explained, referring to drawing.

Drawing 1 and drawing 2 show the gestalt of one implementation of the 1st invention, drawing 1 shows roughly an example of the configuration of the particle-size-distribution measuring device of this invention, and drawing 2 shows the configuration of that important section. And as for the particle-size-distribution measuring device shown in drawing 1, the optical system is constituted by reverse fourier optical system. That is, in drawing 1 and drawing 2, the light source which emits a laser beam 2, and 3 are the condenser lenses prepared ahead of this laser light source 1, and 1 irradiates the condensing laser beam 4 at the sample cell 6 mentioned later. 5 is the front detector formed in the focal location of a condenser lens 3. The light-receiving side 5a For example, it is what consists of a transmitted light detecting element which detects the transmitted light, and a scattered-light detecting element which has arranged the photodiode of the shape of two or more radii in the shape of an array focusing on this transmitted light detecting element like a well-known ring detector. It is constituted so that a comparatively small forward-scattering light of 0 degree – about 30 degrees in the transmitted light and the diffusion angle which are produced in a sample cell 6 may be detected.

[0012] 6 is the sample cell prepared between a condenser lens 3 and the front detector 5, and it is for holding the sample solution 7 which made the dispersion medium distribute the particle group of the measuring object, for example, consists of transparent glass etc., and is formed in the rectangular parallelepiped configuration, and thickness t of that direction of exposure light transmission is made quite small compared with die-length w of the cross direction which intersects perpendicularly in this direction of exposure light transmission. And to optical-axis 4a of the condensing laser beam 4, this sample cell 6 leans only an include angle theta back, and is arranged, and theta is 45 degrees in the example of a graphic display. That is, it is arranged in the condition of having inclined so that the include angle theta of the center line CL of a sample cell 6 and optical-axis 4a in the thickness direction to accomplish might become 45 degrees. If the condensing laser beam 4 from a laser light source 1 side carries out incidence to such a sample cell 6, as shown in drawing 2, whenever the main optical-axis 4a passes the thickness part and sample solution 7 of a sample cell 6, it is refracted, and although optical-axis 4b by the side of the outgoing radiation of a sample cell 6 shifts somewhat, it will become parallel to this, and will connect a focus to that of said optical-axis 4a at the transmitted light detecting element of the front detector 5. In addition, said sample cell 6 may be a negotiation mold sample cell to which a sample solution 7 is supplied in negotiation.

[0013] 8 and 9 are the wide angle scattered-light detector groups prepared in the both sides (side which counters plane-of-incidence 6a of the condensing laser beam 4, and outgoing radiation side 6b, respectively) of a sample cell 6, respectively. It is what detects the wide angle scattered light scattered about / diffracted at the comparatively big include angle of 30 degrees – 180 degrees among the exposure light diffracted or scattered about by the particle in a sample cell 6 according to an individual for every diffusion angle. These photodetection groups 8 and 9 for the wide angle scattered lights consist of two or more photodiodes 10 formed in the shape of a train at a different include angle from the front detector 5. According to each arrangement include angle, the scattered light of the predetermined include angle by the particle in a sample cell 1 is detectable. In the example of a graphic display One wide angle scattered-light detector group 8 detects the scattered light (forward-scattering light with a comparatively large diffusion angle, and 90-degree side-scatter light) to 30 degrees – 90 degrees, and the wide angle scattered-light detector group 9 of another side detects the scattered light (side-scatter light and back scattered light) to 90 degrees – 180 degrees, respectively. 11 is the electrical circuit substrate which holds a photodiode 10 so that said scattered light may carry out incidence to a right angle in the light-receiving side, and is equipped with pre amplifier (not shown).

[0014] And in drawing 1, 12 incorporates the output from the front detector 5 and the electrical circuit substrate 11 one by one, and the multiplexer which carries out sequential sending out at A-D converter 13, and 14 are the computers as a processing unit into which the output of A-D converter 13 is inputted. This computer 14 processes the output of the front detector 5 and photodiode 10 which were changed into the digital signal based on the Fraunhofer diffraction theory or the Mie-scattering theory, and the program which searches for the particle size distribution in a particle group is stored. 15 is displays, such as a color display which displays the

result of an operation etc.

[0015] In the particle-size-distribution measuring device constituted as mentioned above, it is in the condition which held the sample solution 7 in the sample cell 6, and if a laser beam 2 is emitted from a laser light source 1, it will converge in a condenser lens 3, and this laser beam 2 will turn into the exposure light 4, and will irradiate the sample solution 7 in a sample cell 6. And these exposure light 4 is diffracted or scattered about by the particle in a sample cell 6. A comparatively small forward-scattering light of the diffusion angle of 0 degree - 30 degrees is detected in the scattered-light detecting element of the front detector 5 among the diffracted light or the scattered light. In addition, the exposure light 4 which does not receive dispersion by said particle turns into the transmitted light, and is detected in the transmitted light detecting element of the front detector 5. the optical reinforcement which this front detector 5 detected should be changed into an analog electrical signal, and should pass pre amplifier (not shown) further -- it is inputted into a multiplexer 12.

[0016] The scattered light to which a diffusion angle exceeds 30 degrees on the other hand among the exposure light 4 diffracted or scattered about by said particle is detected by the wide angle scattered-light detector groups 8 and 9. A diffusion angle among said scattered lights more specifically a part of forward-scattering light to 30 degrees - 90 degrees, and 90-degree side-scatter light It is detected for whenever [ diffusion angle / every ] by two or more photodiodes 10 which constitute one wide angle scattered-light detector group 8. It is detected for whenever [ diffusion angle / every ] by two or more photodiodes 10 with which, as for a part of back scattered light to 90 degrees - 180 degrees, and 90-degree side-scatter light, a diffusion angle constitutes the wide angle scattered-light detector group 9 of another side. the optical reinforcement which said photodiode 10 detected should be changed into an analog electrical signal, and should pass further the pre amplifier (not shown) formed in the electrical circuit substrate 11 -- it is inputted into a multiplexer 12.

[0017] In said multiplexer 12, the front detector 5 and the measurement data from each photodiode 10, i.e., an analog electrical signal, are incorporated one by one in predetermined sequence. And the analog electrical signal incorporated by the multiplexer 12 is made into a serial signal, is changed into a digital signal one by one by A-D converter 13, and is further inputted into a computer 14.

[0018] In said computer 14, the data on the strength [ optical ] for every diffusion angle obtained by the front detector 5 and each photodiode 10, respectively are processed based on the Fraunhofer diffraction theory or the Mie-scattering theory, and the processing result is expressed as a proper gestalt on the display screen of a display 15.

[0019] In the particle-size-distribution measuring device of the above-mentioned configuration, it can detect certainly by preventing attenuation within those sample cells 6 as much as possible, without barring dispersion/diffracted light around 90 degrees by total reflection etc., since the sample cell 6 is leaned to 45 degrees to optical-axis 4a (or 4b). Furthermore, since the wide angle scattered-light detector groups 8 and 9 which formed two or more detectors 10 in the both sides of a sample cell 6 in the shape of a train are arranged, at the bigger include angle which is not detected by the front detector 5, not to mention the forward-scattering light scattered about / diffracted, it cannot leak and 90-degree side-scatter light and a back scattered light can be detected certainly. Moreover, dispersion/diffracted light around 90 degrees can be detected by said wide angle scattered-light detector groups 8 and 9, and the amount of signals can be made to increase. Therefore, while sufficient amount of signals is obtained to dispersion/diffracted light around 90 degrees, a diffusion angle cannot leak, can detect continuously the scattered light of the range large [ to 0 degree - about 180 degrees ], and can raise the accuracy of measurement and data repeatability.

[0020] And since the advantage of the reverse fourier optical system that the above-mentioned configuration \*\*\*\*\* and a focal distance long as a condenser lens 3 are securable is enjoyable 100%, a diffusion angle does not need the expensive front detector 5 which performed micro processing, although the minute scattered light, such as 0 degree - 5 degrees, is detected, but can use a commercial cheap diode array for it. Moreover, since the scattered light with a small diffusion angle is detectable even if it enlarges a focal beam diameter, since a long focal distance

is securable, the thing which has a big focal beam diameter as a condenser lens 3, i.e., a cheap thing, can be used, and equipment can be constituted so much cheaply.

[0021] various this invention is boiled, can deform and can be carried out. Hereafter, it explains. In the gestalt of implementation of the above 1st, although theta is 45 degrees whenever [ over optical-axis 4a (or 4b) of a sample cell 6 / angle-of-inclination ], and it can arrange where a sample cell 6 is easily leaned to optical-axis 4a (or 4b), this include angle theta is not restricted to this, and can be set as the include angle of the arbitration to 25 degrees – 65 degrees. This is because there is inconvenience that neither the total reflection in a sample cell 6 nor the multiple echo of the light in the interior can be certainly prevented if said include angle theta is too small, and there is inconvenience that the optical path length in a sample cell 6 can become large, and the signal over the front detector 5 cannot become weak, or the evil by the multiple echo of the light in a sample cell 6 cannot be prevented when an include angle theta is not much large. In addition, whenever [ said angle-of-inclination ], theta can be set up in the magnitude of arbitration in the range which does not deviate from the main point of this invention, therefore is not limited to said include-angle range.

[0022] Furthermore, in the gestalt of the above-mentioned implementation, although the sample cell 6 was leaned back, it may replace with this and you may lean ahead.

[0023] And in the gestalt of above-mentioned operation, although optical system was constituted by the so-called reverse fourier optical system, as shown, for example in drawing 3, while forming a condenser lens 3 between a sample cell 6 and the front detector 5, the front detector 5 may be formed in the focal location of a condenser lens 3, and optical system may be constituted in the so-called fourier optical system.

[0024] And the wide angle scattered-light detector groups 8 and 9 prepared in the both sides of a sample cell 6 are not necessarily limited to the arrangement shown in drawing 2, and as shown in drawing 4, they may be arranged so that it may become in parallel with the cross direction (longitudinal direction) of a sample cell 6. In addition, although the optical system in this drawing 4 is a reverse fourier system, it is natural. [ of your being the fourier optical system ]

[0025] and the above -- also in the gestalt of which operation, although two or more photodiodes 10 which can be set in the wide angle scattered-light detector groups 8 and 9 are arranged on the monotonous substrate and arranged on the straight line As shown in drawing 5, a photodiode 10 may be formed on curved substrate 11A, and not the thing restricted to this but the photodiode 10 in each of the wide angle scattered-light detector groups 8 and 9 may be arranged in the shape of a curve. In addition, although the optical system in this drawing 5 is a reverse fourier system, it is natural. [ of your being the fourier optical system ]

[0026] Moreover, the assignment of the scattered light which the wide angle scattered-light detector groups 8 and 9 prepared in the both sides of a sample cell 6 receive Shift suitably the installation location of the wide angle scattered-light detector groups 8 and 9 instead of what is restricted to the numerical range mentioned above the front or behind a sample cell 6, or It can set up suitably by extending or narrowing the installation range in the direction of optical-axis 4a (or 4b) of the wide angle scattered-light detector groups 8 and 9.

[0027] By the way, as optical system in a particle-size-distribution measuring device, it roughly divides, there are reverse fourier optical system (refer to drawing 1, drawing 2, drawing 4, and drawing 5) and fourier optical system (refer to drawing 3), and the former won from a viewpoint of space-saving. However, since the include angles of the beam of light 93 which carries out incidence in a sample cell 92 differ when the sample cell 92 has been leaned and arranged to an optical axis 91 in reverse fourier optical system, as shown in drawing 10, The inconvenience of the die length which passes a sample cell 92 differing for every beam of light, and focal dotage arising in light-receiving side 94a of the front detector 94 by astigmatism, originating in this, and having an adverse effect on measurement data may arise. In addition, 95 is the light source and 96 is a condenser lens. Moreover, such inconvenience is not produced in the fourier optical system.

[0028] Then, he is trying to prepare the optical compensator which consists of plate-like light transmission members, such as glass for making one on the optical axis between a condenser lens and a front detector of locations converge the scattered light on the light-receiving side of

said front detector, in the condition of having inclined to the inclination direction and hard flow of a sample cell, in the 2nd invention in the particle-size-distribution measuring device which adopted reverse fourier optical system. Hereafter, this 2nd invention is explained, referring to drawing 6 - drawing 8 .

[0029] First, drawing 6 shows the gestalt of one implementation of the 2nd invention, and shows roughly the configuration of the important section of the particle-size-distribution measuring device which adopted reverse fourier optical system. In this drawing 6 , 20 is the sample room of for example, a plane view rectangle, and that perimeter is enclosed by the side attachment walls 20a-20d which consist of an ingredient which has the function which intercepts an external light. And on 45-degree diagonal line of the side attachment walls 20a and 20c of a couple, the optical apertures 21 and 22 as an optical compensator which consist of a light transmission nature raw material are formed.

[0030] And it is arranged at the slanting lower part of the exterior of one optical aperture 21 so that the light source 1, a condenser lens 3, one optical aperture 21, and the optical aperture 22 of another side may be located in a line on one straight line 23 in this order, so that the light source 1 and a condenser lens 3 may face the optical aperture 22 of another side through one optical aperture 21 that is,. Moreover, it is arranged so that the front detector 5, the optical aperture 22 of another side, and one optical aperture 21 may be located in a line on said one straight line 23 in this order, so that the front detector 5 may face the slanting upper part of the optical aperture 22 of another side one optical aperture 21 through the optical aperture 22 of another side that is,. That is, it is arranged so that it may stand in a line on one straight line 23 to which the light source 1, a condenser lens 3, one optical aperture 21, the optical aperture 22 of another side, and 45 degrees of front detectors 5 inclined.

[0031] moreover, \*\*\*\* of said sample room 20 -- mostly, it is located on said one straight line 23, and the light source 1 is emitted in the center, and the sample cell 6 of a rectangular parallelepiped configuration is formed in it so that the condensing laser beam 4 which passed through the condenser lens 3 may carry out incidence at 45 degrees. It is prepared so that side 6a of the direction of exposure light transmission of a sample cell 6 may become the side attachment walls 20a and 20c of a couple, and parallel and crosswise side 6b may more specifically become the side attachment walls 20b and 20d of other couples, and parallel. That is, the sample cell 6 is formed in the condition of having made it 45 degrees of the center line CL incline with said one straight line 23 which inclined 45 degrees. And the wide angle scattered-light detector groups 8 and 9 are formed in the side attachment walls 20b and 20d of the both sides of said sample cell 6, respectively.

[0032] And in the gestalt of this operation, said optical apertures 21 and 22 are leaned to the sample cell 6 and hard flow which leaned 45 degrees back (light source 1 side), and were prepared to the optical axis (line shown with the sign 23 in drawing). That is, by leaning 45 degrees ahead (front detector 5 side), and arranging to said optical axis 23 These optical apertures 21 and 22 function as an optical compensator for making the scattered light which produces in a sample cell 6 and carries out incidence to the front detector 5 converge on light-receiving side 5a of the front detector 5. In this case, the thickness of the transparency direction of the light in the optical apertures 21 and 22 is set up suitably, and it is made for those total thickness to become the the best for making a laser beam converge on light-receiving side 5a of the front detector 5. Thus, in the constituted particle-size-distribution measuring device, the astigmatism produced when exposure light carries out incidence to a sample cell 6 in the direction of slant is canceled, and the adverse effect to measurement data can be removed.

[0033] That is, in the particle-size-distribution measuring device of the 2nd invention of the above, the optical compensators 21 and 22 which prepared the gap of the beam of light produced when exposure light carries out incidence to a sample cell 6 in the direction of slant where only a predetermined include angle is leaned to the inclination direction and reverse of a sample cell 6 have amended.

[0034] And since the advantage of the reverse fourier optical system that a focal distance long as a condenser lens 3 is securable is enjoyable 100% according to the configuration shown in

above-mentioned drawing 6, it cannot be overemphasized that the effectiveness described in the 0020th paragraph of the above is done so.

[0035] Moreover, although made to serve a double purpose in above-mentioned drawing 6 as an optical aperture in the sample room 20 in which the optical compensators 21 and 22 held a sample cell 6 and the wide angle scattered-light detector groups 8 and 9 it can deform into the versatility instead of what is restricted to this, and can carry out, and when the luminous intensity of the laser beam 2 of a laser light source 1 is too strong, you may make it use ND (neutral density) filter for dimming as an optical compensator Moreover, when a laser beam 2 is what has two or more wavelength, or replaces with a laser light source and uses the source of the white light, you may make it use the band pass filter for wavelength sorting as an optical compensator.

[0036] Furthermore, as shown in drawing 7, the prism 21A and 22A of a wedge action die may be used as an optical compensator, and a proper lens may be used. In addition, when using a lens as an optical compensator, it is not necessary to prepare the installation include angle so that the center line CL of a cel 6 and 90 degrees may be made. When an optical compensator is plate-like, it is necessary to prepare this, in order to remove aberration but so that the center line CL of a sample cell 6 and 90 degrees may be made, and when an optical compensator is not plate-like, it can remove aberration regardless of said installation include angle. In addition, when an optical compensator is plate-like, aberration can be removed with a simpler configuration.

[0037] Moreover, as shown in drawing 8, you may hold in the hold room 24 which had only the sample cell 6 sealed. In this case, the hold room 24 needs to form light, such as a laser beam, for the raw material made to penetrate good. In addition, more stable measurement can be performed by forming a sample cell 6 in sealed space, such as the sample room 20 and the hold room 24.

[0038] And in the gestalt of operation of above-mentioned drawing 6 – drawing 8, although two optical compensators 21 and 22 (21A, 22A, 21B, 22B) were formed on the optical axis between a condenser lens 3 and the front detector 5, it is not necessary to do in this way, and the optical compensator may be prepared in one on said optical axis of locations one \*\*.

[0039] Moreover, also in the 2nd invention which prepared said plate-like optical compensator, whenever [ over the optical axis 23 of a sample cell 6 / angle-of-inclination ], theta is not restricted only to 45 degrees and may set said include angle theta as the include angle of the arbitration to 25 degrees – 65 degrees. In this case, whenever [ angle-of-inclination / of a sample cell 6 ], between theta', it sets [ whenever / theta and angle-of-inclination / of the optical compensators 21 and 22 (21A, 22A, 21B 22B) ] up so that it may become theta+theta'=90 degree. For example, when 30 degrees of sample cells 6 are leaned back, it is necessary to lean 60 degrees of optical compensators 21 and 22 (21A, 22A, 21B, 22B) ahead.

[0040]

[Effect of the Invention] As explained above, according to the particle-size-distribution measuring device of this invention, a diffusion angle can also detect the about 90-degree scattered light certainly, can detect certainly the scattered light of the large include-angle range to near 0 degree – 180 degree, and can measure the particle size distribution covering the large particle range with sufficient repeatability.

[0041] And according to invention according to claim 3, in the particle-size-distribution measuring device which adopted reverse fourier optical system, the astigmatism produced when exposure light carries out incidence to a sample cell in the direction of slant is canceled, and the adverse effect to measurement data can be removed.

---

[Translation done.]

JP2003329570

(19)日本国特許庁 (JP)

## (12) 公開特許公報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開2003-329570

(P2003-329570A)

(43)公開日 平成15年11月19日(2003.11.19)

(51)Int.Cl.<sup>7</sup>G 01 N 15/02  
15/14  
21/49

識別記号

F I

G 01 N 15/02  
15/14  
21/49

テマコード(参考)

A 2 G 0 5 9  
P  
A

審査請求 未請求 請求項の数4 OL (全8頁)

(21)出願番号 特願2002-135232(P2002-135232)

(22)出願日 平成14年5月10日(2002.5.10)

(71)出願人 000155023

株式会社堀場製作所  
京都府京都市南区吉祥院宮の東町2番地

(72)発明者 池田 英幸

京都府京都市南区吉祥院宮の東町2番地  
株式会社堀場製作所内

(72)発明者 伊串 達夫

京都府京都市南区吉祥院宮の東町2番地  
株式会社堀場製作所内

(74)代理人 100074273

弁理士 藤本 英夫

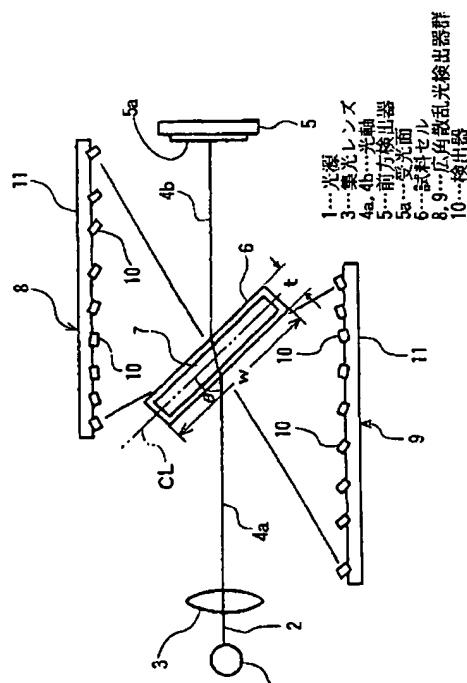
最終頁に続く

(54)【発明の名称】 粒子径分布測定装置

## (57)【要約】

【課題】 散乱角が90°近傍の散乱光をも確実に検出することができ、0°～180°付近までの広い角度範囲の散乱光を確実に検出することができ、広い粒子範囲にわたる粒径分布を再現性よく測定することのできる粒子径分布測定装置を提供すること。

【解決手段】 光源1と、この光源1からの光が照射される試料セル6と、前記光の光軸4a, 4b上に配置される集光レンズ3と、前記試料セル6において生ずる透過光および所定の散乱光を検出する前方検出器5とを備えた粒子径分布測定装置において、前記試料セル6を、前記光源1を発した光の光軸4aに対して傾けた状態で設けるとともに、前記試料セル6の両側に複数の検出器10よりなる広角散乱光検出器群8, 9を設けた。



(2)

特開2003-329570

1

2

## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 光源と、この光源からの光が照射される試料セルと、前記光の光軸上に配置される集光レンズと、前記試料セルにおいて生ずる透過光および所定の散乱光を検出する前方検出器とを備えた粒子径分布測定装置において、前記試料セルを、前記光源を発した光の光軸に対して傾けた状態で設けるとともに、前記試料セルの両側に複数の検出器よりなる広角散乱光検出器群を設けたことを特徴とする粒子径分布測定装置。

【請求項2】 集光レンズを光源と試料セルとの間に設けるとともに、前方検出器を前記集光レンズの焦点位置に設けてなる請求項1に記載の粒子径分布測定装置。

【請求項3】 集光レンズと前方検出器との間の光軸上のいずれかの位置に、透過光または散乱光を前記前方検出器の受光面上に収敛させるための光学的コンペンセータを設けてなる請求項2に記載の粒子径分布測定装置。

【請求項4】 集光レンズを試料セルと前方検出器との間に設けるとともに、この前方検出器を前記集光レンズの焦点位置に設けてなる請求項1に記載の粒子径分布測定装置。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【発明の属する技術分野】 この発明は、分散している粒子群にレーザ光を照射することによって生じる回折／散乱光を検出し、その検出によって得られる散乱光強度信号に基づいて粒子群の粒子径分布を測定する粒子径分布測定装置に関する。

## 【0002】

【従来の技術】 試料粒子による光の回折現象および／または散乱現象を利用した粒子径分布測定装置では、回折光および／または散乱光の強度分布、つまり、回折角および／または散乱角と光強度との関係を測定し、これに基づく演算処理を施すことによって、試料粒子の粒子径分布が算出される。

【0003】 図9は、従来の粒子径分布測定装置における光学系の要部を概略的に示すもので、この図において、81は例えば分散媒中に粒子を分散させた液体（以下、試料液という）を収容する試料セルである。そして、82、83は試料セル81の厚み方向（照射光透過方向）の一方の側、すなわち、試料セル81の後方側に設けられる光源および集光レンズであり、84は試料セル81の厚み方向の他方の側、すなわち、試料セル81の前方側の集光レンズ83の焦点位置に設けられるフォトダイオードアレイよりなる前方検出器で、透過光と散乱角が比較的小さい（例えば $0^\circ \sim 30^\circ$ ）散乱光を検出するものであり、集光レンズ83が光源82側に位置する所謂逆フーリエ光学系に形成されている。そして、85は散乱角が比較的大きい（ $30^\circ$ 以上）散乱光（広角散乱光）を検出する広角散乱光検出器群で、試料セル

81の一側に、その前方から後方にわたって設けられる複数のフォトダイオード（シングルチャンネル型検出器）86よりなる。87は複数のシングルチャンネル型検出器86を所定の状態で支持する基板である。

## 【0004】

【発明が解決しようとする課題】 上記粒子径分布測定装置においては、試料セル81に対して光源82からの照射光（例えばレーザ光）88を垂直に入射するようにしていたので、散乱角が $90^\circ$ の側方散乱光89を受光する場合、試料セル81の真横方向（照射光透過方向と直交する方向）に検出器86aを設ける必要があるが、図示例のように試料セル81が幅広である（光88の入射する方向と直交する方向において長い）場合、前記散乱光89が試料セル81内を通過する際に減衰し、そのため、検出器86aから出力される信号が弱くなるといった不都合がある。また、符号90で示すように、散乱角が $90^\circ$ 前後の散乱光が、試料セル81表面における全反射のために広角散乱光検出器群85の検出器86のいずれによっても検出できないことがある。つまり、従来の粒子径分布測定装置においては、散乱角が $90^\circ$ または $90^\circ$ 前後（以下、単に $90^\circ$ 近傍という）の側方散乱光を確実に検出することができないことがあり、このため、直徑が例えば $1\text{ }\mu\text{m}$ 以下の微小粒子の測定精度やデータ再現性が悪いといった課題があった。

【0005】 ところで、前記図9に示すように構成された粒子径分布測定装置においては、試料セル81を透過した光が前方検出器84の透過光検出部に入射し、そこで反射して試料セル81に向かい、この反射光が試料セル81の前面において反射して再度前方検出器84に向かうといったことを防ぐため、前記試料セル81を光軸88に対してごく小さな角度、例えば $5^\circ$ 程度傾けて配置することが試みられている。しかしながら、このようにした場合においても、前記図9に示した場合と同様に、散乱角が $90^\circ$ 近傍の側方散乱光を確実に検出することができないことに起因して生ずる上述した課題があった。

【0006】 そこで、このような課題を解決する手法として、直方体形状の試料セル81に代えて、側方（図9における符号81aで示す部分）を曲面加工して、取り出したい散乱光の光軸と試料セル81における空気との境界面とができるだけ垂直になるようにして前記全反射を防ぐことが考えられるが、このような特殊な形状の試料セルは、その加工精度が要求され、それだけコストアップするといった不都合がある。

【0007】 上述の課題は、所謂逆フーリエ光学系の粒子径分布測定装置のみならず、試料セルの前方側に集光レンズを設け、この集光レンズの焦点位置に前方検出器を配置した所謂フーリエ光学系の粒子径分布測定装置（図示していない）においても同様に生じているところである。

(3)

特開2003-329570

3

4

【0008】この発明は、上述の事柄に留意してなされたもので、その目的は、散乱角が $90^\circ$ 近傍の散乱光をも確実に検出することができ、 $0^\circ \sim 180^\circ$ 付近までの広い角度範囲の散乱光を確実に検出することができ、広い粒子範囲にわたる粒径分布を再現性よく測定するとのできる粒子径分布測定装置を提供することである。

【0009】

【課題を解決するための手段】上記目的を達成するため、この発明は、光源と、この光源からの光が照射される試料セルと、前記光の光軸上に配置される集光レンズと、前記試料セルにおいて生ずる透過光および所定の散乱光を検出する前方検出器とを備えた粒子径分布測定装置において、前記試料セルを、前記光源を発した光の光軸に対して傾けた状態で設けるとともに、前記試料セルの両側に複数の検出器よりなる広角散乱光検出器群を設けたことを特徴としている（請求項1）。

【0010】そして、上記請求項1に記載の粒子径分布測定装置において、集光レンズを光源と試料セルとの間に設けるとともに、前方検出器を前記集光レンズの焦点位置に設けてもよく（請求項2）、あるいは、集光レンズを試料セルと前方検出器との間に設けるとともに、この前方検出器を前記集光レンズの焦点位置に設けてもよい（請求項4）。そして、前記請求項2のように構成する場合、集光レンズと前方検出器との間の光軸上のいずれかの位置に、透過光または散乱光を前記前方検出器の受光面上に収斂させるための光学的コンペンセータを設けるのが好ましい（請求項3）。このように構成した場合、逆フーリエ光学系を採用した粒子径分布測定装置において、試料セルに照射光が斜め方向に入射することによって生ずる非点収差が解消され、測定データへの悪影響を除去することができる。

【0011】

【発明の実施の形態】以下、発明の詳細を、図を参照しながら説明する。図1および図2は、第1発明の一つの実施の形態を示すもので、図1は、この発明の粒子径分布測定装置の構成の一例を概略的に示し、図2はその要部の構成を示すものである。そして、図1に示す粒子径分布測定装置は、その光学系が逆フーリエ光学系に構成されている。すなわち、図1および図2において、1は例えばレーザ光2を発する光源、3はこのレーザ光源1の前方に設けられる集光レンズで、後述する試料セル6に集光レーザ光4を照射する。5は集光レンズ3の焦点位置に設けられる前方検出器で、その受光面5aは、例えば、公知のリングディテクタのように、透過光を検出する透過光検出部と、この透過光検出部を中心に複数の円弧状のフォトダイオードをアレイ状に配置した散乱光検出部とからなるもので、試料セル6において生ずる透過光および散乱角が例えば $0^\circ \sim 30^\circ$ 程度といった比較的小さい前方散乱光を検出するように構成されている。

【0012】6は集光レンズ3と前方検出器5の間に設けられる試料セルで、分散媒に測定対象の粒子群を分散させた試料液7を収容するためのもので、例えば、透明なガラスなどによりなり、直方体形状に形成されており、その照射光透過方向の厚みtは、この照射光透過方向に直交する幅方向の長さwに比べてかなり小さくしてある。そして、この試料セル6は、集光レーザ光4の光軸4aに対して角度θだけ後方に傾けて配置されており、図示例ではθは $45^\circ$ である。すなわち、厚み方向における試料セル6の中心線CLと光軸4aとの成す角度θが $45^\circ$ となるように傾いた状態で配置されている。このような試料セル6に、レーザ光源1側からの集光レーザ光4が入射すると、その中心光軸4aは、図2に示すように、試料セル6の厚み部分および試料液7を通過するごとに屈折し、試料セル6の出射側における光軸4bは、前記光軸4aのとは多少ずれるがこれと平行となり、前方検出器5の透過光検出部に焦点を結ぶ。なお、前記試料セル6は、試料液7が流通的に供給される流通型試料セルであってもよい。

【0013】8、9は試料セル6の両側（集光レーザ光4の入射面6aと出射面6bにそれぞれ対向する側）にそれぞれ設けられる広角散乱光検出器群で、試料セル6内の粒子によって回折または散乱した照射光のうち、例えば $30^\circ \sim 180^\circ$ といった比較的大きな角度で散乱／回折した広角散乱光を、各散乱角ごとに個別に検出するもので、この広角散乱光用検出群8、9は、前方検出器5と異なる角度で列状に設けられる複数のフォトダイオード10からなり、それぞれの配設角度に応じて、試料セル1内の粒子による所定角度の散乱光を検出することができ、図示例では、一方の広角散乱光検出器群8が $30^\circ \sim 90^\circ$ までの散乱光（散乱角が比較的大きい前方散乱光および $90^\circ$ 側方散乱光）を検出し、他方の広角散乱光検出器群9が $90^\circ \sim 180^\circ$ までの散乱光（側方散乱光および後方散乱光）をそれぞれ検出する。11はフォトダイオード10を、その受光面に前記散乱光が直角に入射するように保持する電気回路基板で、ブリリアンプ（図示していない）を備えている。

【0014】そして、図1において、12は前方検出器5および電気回路基板11からの出力を順次取り込み、A/D変換器13に順次送出するマルチブレクサ、14はA/D変換器13の出力が入力される演算処理装置としてのコンピュータである。このコンピュータ14は、デジタル信号に変換された前方検出器5およびフォトダイオード10の出力を、フラウンホーファ回折理論やミー散乱理論に基づいて処理し、粒子群における粒子径分布を求めるプログラムが格納されている。15は演算結果などを表示するカラーディスプレイなどの表示装置である。

【0015】上述のように構成された粒子径分布測定装置においては、試料セル6に試料液7を収容した状態

(4)

特開2003-329570

5

6

で、レーザ光源1からレーザ光2を発すると、このレーザ光2は、集光レンズ3において収斂され、照射光4となって試料セル6内の試料液7を照射する。そして、この照射光4は、試料セル6中の粒子によって回折または散乱する。その回折光または散乱光のうち、 $0^\circ \sim 30^\circ$ といった散乱角の比較的小さい前方散乱光は、前方検出器5の散乱光検出部において検出される。なお、前記粒子による散乱を受けない照射光4は、透過光となり、前方検出器5の透過光検出部において検出される。この前方検出器5が検出した光強度はアナログ電気信号に変換され、さらに、プリアンプ(図示していない)を経てマルチプレクサ12に入力される。

【0016】一方、前記粒子によって回折または散乱した照射光4のうち、散乱角が $30^\circ$ を超える散乱光は、広角散乱光検出器群8、9によって検出される。より具体的には、前記散乱光のうち、散乱角が $30^\circ \sim 90^\circ$ までの前方散乱光および $90^\circ$ 側方散乱光の一部は、一方の広角散乱光検出器群8を構成する複数のフォトダイオード10によって散乱角度ごとに検出され、散乱角が $90^\circ \sim 180^\circ$ までの後方散乱光および $90^\circ$ 側方散乱光の一部は、他方の広角散乱光検出器群9を構成する複数のフォトダイオード10によって散乱角度ごとに検出される。前記フォトダイオード10が検出した光強度はアナログ電気信号に変換され、さらに、電気回路基板11に設けられたプリアンプ(図示していない)を経てマルチプレクサ12に入力される。

【0017】前記マルチプレクサ12においては、前方検出器5および各フォトダイオード10からの測定データ、つまりアナログ電気信号が所定の順序で順次取り込まれる。そして、マルチプレクサ12によって取り込まれたアナログ電気信号は直列信号にされて、A/D変換器13で順次デジタル信号に変換され、さらに、コンピュータ14に入力される。

【0018】前記コンピュータ14においては、前方検出器5および各フォトダイオード10によってそれぞれ得られた各散乱角ごとの光強度データを、フラウンホーファ回折理論やミー散乱理論に基づいて処理し、その処理結果は、表示装置15の表示画面上に適宜の形態で表示される。

【0019】上記構成の粒子径分布測定装置においては、試料セル6を光軸4a(または4b)に対して $45^\circ$ に傾けているので、 $90^\circ$ 前後の散乱/回折光を、全反射などで妨げられることなく、また、それらの試料セル6内での減衰を可及的に防止することにより、確実に検出することができる。さらに、試料セル6の両側に、複数の検出器10を列状に設けた広角散乱光検出器群8、9を配置しているので、前方検出器5によって検出されないより大きな角度で散乱/回折する前方散乱光は勿論のこと、 $90^\circ$ 側方散乱光や後方散乱光を漏れなく確実に検出することができる。また、 $90^\circ$ 前後の散乱

/回折光を、前記広角散乱光検出器群8、9で検出することができ、信号量を増加させることができる。したがって、 $90^\circ$ 前後の散乱/回折光に対して十分な信号量が得られるとともに、散乱角が $0^\circ \sim 180^\circ$ 近傍までの広い範囲の散乱光を漏れなく連続的に検出することができ、測定精度およびデータ再現性を向上させることができる。

【0020】そして、上記構成によれば、集光レンズ3として長い焦点距離を確保することができるといった逆フーリエ光学系の利点を100%享受することができるので、散乱角が例えば $0^\circ \sim 5^\circ$ というような微小な散乱光を検出するのに、微細加工を施した高価な前方検出器5を必要とせず、市販の安価なダイオードアレイを用いることができる。また、長い焦点距離を確保することができるので、焦点のビーム径を大きくしても、散乱角が小さい散乱光を検出することができるので、集光レンズ3として焦点ビーム径の大きなもの、つまり、安価なものを用いることができ、それだけ装置を安価に構成することができる。

【0021】この発明は、種々に変形して実施することができる。以下、説明する。上記第1の実施の形態においては、試料セル6の光軸4a(または4b)に対する傾き角度θが $45^\circ$ であり、試料セル6を光軸4a(または4b)に対して容易に傾けた状態で配置することができるが、この角度θはこれに限られるものではなく、例えば $25^\circ \sim 65^\circ$ までの任意の角度に設定することができる。これは、前記角度θがあまりに小さないと、試料セル6における全反射やその内部における光の多重反射等を確実に防止できないといった不都合があり、また、角度θがあまり大きいと、試料セル6内における光路長が大きくなり、前方検出器5に対する信号が弱くなったり、試料セル6内における光の多重反射による弊害を防止できないといった不都合があるからである。なお、前記傾き角度θは、この発明の主旨を逸脱しない範囲で任意の大きさで設定することができ、したがって、前記角度範囲に限定されるものではない。

【0022】さらに、上記実施の形態においては、試料セル6を後方に傾けていたが、これに代えて、前方に傾けてもよい。

【0023】そして、上述の実施の形態においては、光学系が所謂逆フーリエ光学系に構成されていたが、例えば図3に示すように、集光レンズ3を試料セル6と前方検出器5との間に設けるとともに、前方検出器5を集光レンズ3の焦点位置に設け、光学系を所謂フーリエ光学系に構成してあってもよい。

【0024】そして、試料セル6の両側に設けられる広角散乱光検出器群8、9は、必ずしも、図2に示した配置に限定されるものではなく、図4に示すように、試料セル6の幅方向(長手方向)に平行になるように配置してもよい。なお、この図4における光学系は、逆フーリ

(5)

特開2003-329570

7

工系であるが、フーリエ光学系であってもよいことは勿論である。

【0025】そして、上記いずれの実施の形態においても、広角散乱光検出器群8、9における複数のフォトダイオード10が、平板な基板上に配置されており、直線上に配置されているが、これに限られるものではなく、例えば図5に示すように、フォトダイオード10を湾曲した基板11A上に設けるなどして、広角散乱光検出器群8、9のそれぞれにおけるフォトダイオード10を曲線状に配置してもよい。なお、この図5における光学系は、逆フーリエ系であるが、フーリエ光学系であってもよいことは勿論である。

【0026】また、試料セル6の両側に設けられる広角散乱光検出器群8、9が受光する散乱光の分担は、上述した数値範囲に限られるものではなく、広角散乱光検出器群8、9の設置位置を試料セル6の前方または後方に適宜ずらしたり、広角散乱光検出器群8、9の光軸4a（または4b）方向における設置範囲を広げたり狭めたりすることにより、適宜設定することができる。

【0027】ところで、粒子径分布測定装置における光学系としては、大きく分けて、逆フーリエ光学系（図1、図2、図4および図5参照）と、フーリエ光学系（図3参照）があり、省スペースという観点からは、前者が勝っている。しかしながら、逆フーリエ光学系において、図10に示すように、光軸91に対して試料セル92を傾けて配置した場合、試料セル92において入射する光線93の角度が異なるため、試料セル92を通過する長さが光線ごとに異なり、非点収差によって前方検出器94の受光面94aにおいて焦点ぼけが生じ、これに起因して測定データに悪影響が及ぼされるといった不都合が生ずることがある。なお、95は光源、96は集光レンズである。また、このような不都合は、フーリエ光学系においては生ずることはない。

【0028】そこで、第2発明においては、逆フーリエ光学系を採用した粒子径分布測定装置において、集光レンズと前方検出器との間の光軸上のいずれかの位置に、散乱光を前記前方検出器の受光面上に収斂させるためのガラスなどの平板状の光透過部材より成る光学的コンペンセータを、試料セルの傾き方向と逆方向に傾いた状態で設けるようにしている。以下、この第2発明について、図6～図8を参考しながら説明する。

【0029】まず、図6は、第2発明の一つの実施の形態を示すもので、逆フーリエ光学系を採用した粒子径分布測定装置の要部の構成を概略的に示している。この図6において、20は例えれば平面規矩形の試料室で、その周囲は例えれば外部の光を遮断する機能を有する材料となる側壁20a～20dで囲われている。そして、一対の側壁20a、20cの45°対角線上には光透過性素材よりなる光学的コンペンセータとしての光学窓21、22が形成されている。

8

【0030】そして、一方の光学窓21の外部の斜め下方には、光源1と集光レンズ3が一方の光学窓21を介して他方の光学窓22を臨むように、つまり、光源1、集光レンズ3、一方の光学窓21および他方の光学窓22がこの順で一つの直線23上に並ぶように配置されている。また、他方の光学窓22の斜め上方には、前方検出器5が他方の光学窓22を介して一方の光学窓21を臨むように、つまり、前方検出器5、他方の光学窓22および一方の光学窓21がこの順で前記一つの直線23上に並ぶように配置されている。つまり、光源1、集光レンズ3、一方の光学窓21、他方の光学窓22および前方検出器5が45°傾いた一つの直線23上に並ぶように配置されている。

【0031】また、前記試料室20の内部ほぼ中央には、前記一つの直線23上に位置し、かつ、光源1を発し、集光レンズ3を経た集光レーザ光4が45°で入射するように、直方体形状の試料セル6が設けられている。より具体的には、試料セル6の照射光透過方向の辺6aが一対の側壁20a、20cと平行になり、幅方向の辺6bが他の一対の側壁20b、20dと平行になるように設けられている。つまり、試料セル6は、その中心線CLが前記45°傾いた一つの直線23と45°傾くようにした状態で設けられている。そして、前記試料セル6の両側の側壁20b、20dには、広角散乱光検出器群8、9がそれぞれ設けられている。

【0032】そして、この実施の形態においては、前記光学窓21、22を、光軸（図中の符号23で示す線）に対して後方（光源1側）に45°傾けて設けられた試料セル6と逆方向に傾けて、つまり、前記光軸23に対して前方（前方検出器5側）に45°傾けて配置することにより、これらの光学窓21、22が、試料セル6において生じ前方検出器5に入射する散乱光を、前方検出器5の受光面5a上に収斂させるための光学的コンペンセータとして機能する。この場合、光学窓21、22における光の透過方向の厚みを適宜設定して、それらのトータルの厚みが前方検出器5の受光面5a上にレーザ光を収斂させるのに最適になるようになるのである。このように構成された粒子径分布測定装置においては、試料セル6に照射光が斜め方向に入射することによって生ずる非点収差が解消され、測定データへの悪影響を除去することができる。

【0033】つまり、上記第2発明の粒子径分布測定装置においては、試料セル6に照射光が斜め方向に入射することによって生ずる光線のズれを、試料セル6の傾き方向と逆に所定角度だけ傾けた状態で設けた光学的コンペンセータ21、22によって補正している。

【0034】そして、上記図6に示した構成によれば、集光レンズ3として長い焦点距離を確保することができるといった逆フーリエ光学系の利点を100%享受することができるので、上記第0020段落において述べた

(6)

特開2003-329570

9

10

効果を奏することは言うまでもない。

【0035】また、上記図6においては、光学的コンペンセータ21、22が試料セル6や広角散乱光検出器群8、9を収容した試料室20における光学窓として兼用されるものであったが、これに限られるものではなく、種々に変形して実施することができ、レーザ光源1のレーザ光2の光度が強すぎる場合には、減光するためのND（ニュートラル・デンシティ）フィルタを光学的コンペンセータとして用いるようにしてもよい。また、レーザ光2が複数の波長を有するものであったり、レーザ光源に代えて、白色光源を用いるような場合には、波長選別のためのバンドパスフィルタを光学的コンペンセータとして用いるようにしてもよい。

【0036】さらに、図7に示すように、楔型のプリズム21A、22Aを光学的コンペンセータとして用いてもよく、適宜のレンズを用いてもよい。なお、光学的コンペンセータとしてレンズを用いる場合、その設置角度は、セル6の中心線CLと90°をなすように設ける必要はない。これは、光学的コンペンセータが平板状である場合、収差を除去するために、試料セル6の中心線CLと90°をなすように設ける必要があるが、光学的コンペンセータが平板状でない場合には、前記設置角度に関係なく収差を除去することができる。なお、光学的コンペンセータが平板状の場合、より簡易な構成で収差を除去することができる。

【0037】また、図8に示すように、試料セル6のみを密閉された収容室24内に収容してもよい。この場合、収容室24はレーザ光などの光を良好に透過させる素材で形成する必要がある。なお、試料セル6を試料室20や収容室24など密閉された空間内に設けることにより、より安定な測定を行うことができる。

【0038】そして、上記図6～図8の実施の形態においては、集光レンズ3と前方検出器5との間の光軸上に二つの光学的コンペンセータ21、22（21A、22A、21B、22B）を設けていたが、このようにする必要はなく、前記光軸上のいずれかの位置に、光学的コンペンセータを唯一つ設けてあってもよい。

【0039】また、前記平板状の光学的コンペンセータを設けた第2発明においても、試料セル6の光軸23に対する傾き角度θが45°のみに限られるものではなく、前記角度θを、例えば25°～65°までの任意の

角度に設定してもよい。この場合、試料セル6の傾き角度θと、光学的コンペンセータ21、22（21A、22A、21B、22B）の傾き角度θ'との間には、 $\theta + \theta' = 90^\circ$ となるように設定する。例えば、試料セル6を後方に30°傾けた場合、光学的コンペンセータ21、22（21A、22A、21B、22B）は、前方に60°傾ける必要がある。

【0040】

【発明の効果】以上説明したように、この発明の粒子径分布測定装置によれば、散乱角が90°近傍の散乱光をも確実に検出することができ、0°～180°付近までの広い角度範囲の散乱光を確実に検出することができ、広い粒子範囲にわたる粒径分布を再現性よく測定することができる。

【0041】そして、請求項3に記載の発明によれば、逆フーリエ光学系を採用した粒子径分布測定装置において、試料セルに照射光が斜め方向に入射することによって生ずる非点収差が解消され、測定データへの悪影響を除去することができる。

【図面の簡単な説明】

【図1】第1発明に係る粒子径分布測定装置の構成の一例を概略的に示す図である。

【図2】前記粒子径分布測定装置の光学系の一例を示す図である。

【図3】前記光学系の他の例を示す図である。

【図4】前記光学系のさらに他の例を示す図である。

【図5】前記光学系のさらに他の例を示す図である。

【図6】第2発明に係る粒子径分布測定装置の構成の一例を概略的に示す図である。

【図7】前記粒子径分布測定装置の構成の他の例を概略的に示す図である。

【図8】前記粒子径分布測定装置の構成のさらに他の例を概略的に示す図である。

【図9】従来技術を説明するための図である。

【図10】従来技術を説明するための図である。

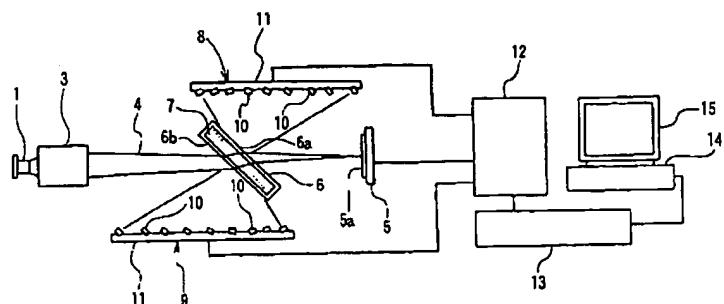
【符号の説明】

1…光源、3…集光レンズ、4a、4b…光軸、5…前方検出器、5a…受光面、6…試料セル、8、9…広角散乱光検出器群、10…検出器、21、21A、21B、22、22A、22B…光学的コンペンセータ、23…光軸。

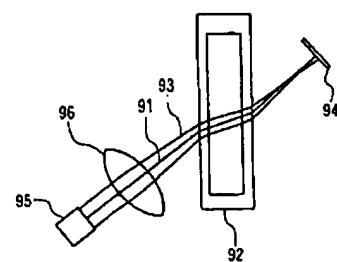
(7)

特開2003-329570

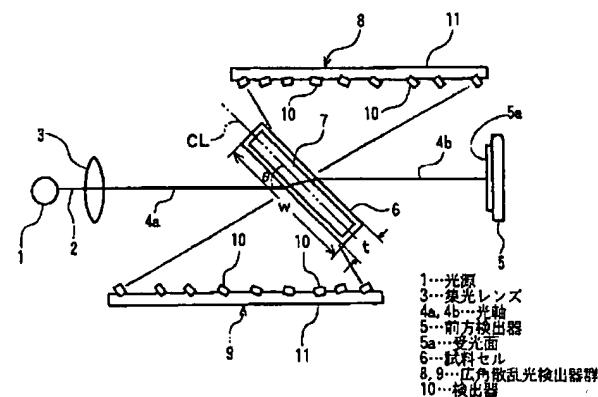
【図1】



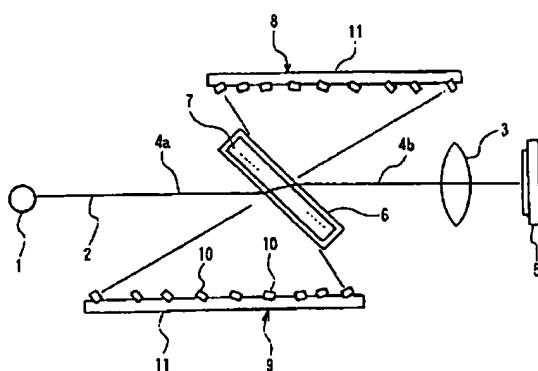
【図10】



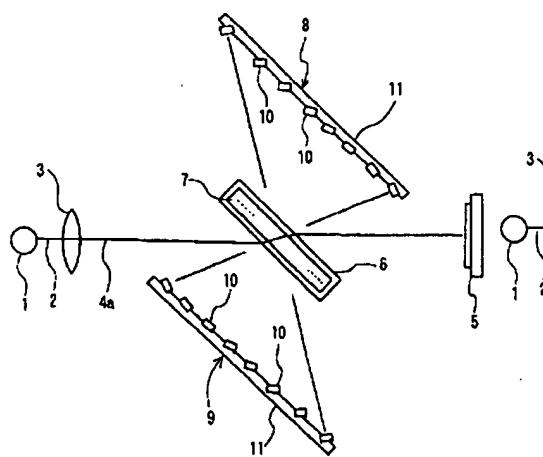
【図2】



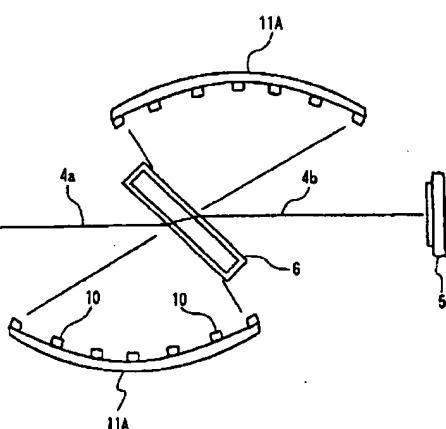
【図3】



【図4】



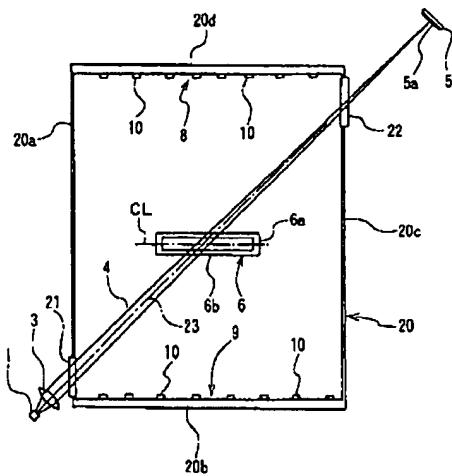
【図5】



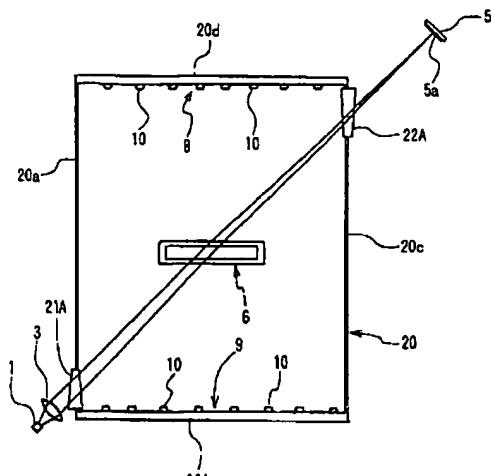
(8)

特開2003-329570

【図6】

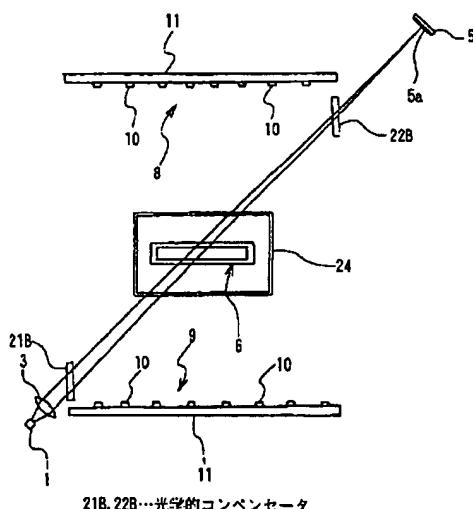
21, 22…光学的コンペンセータ  
23…光路

【図7】



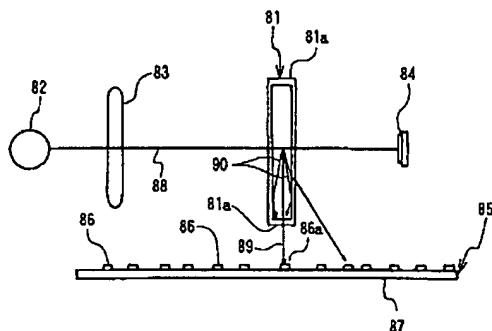
21A, 22A…光学的コンペンセータ

【図8】



21B, 22B…光学的コンペンセータ

【図9】



フロントページの続き

(72)発明者 黒住 拓司  
京都府京都市南区吉祥院宮の東町2番地  
株式会社堀場製作所内

F ターム(参考) 2G059 AA03 AA05 BB06 BB09 BB13  
CC19 EE01 EE02 GG01 JJ11  
KK03 MM01 MM09 MM10 PP04